

选区激光熔化 Inconel 718 合金的熔池形态与组织

王 亮¹ 王红英^{1,2} 姚龙辉¹ 崔 然¹ 李斌强¹ 苏彦庆¹ 郭景杰¹
(1.哈尔滨工业大学材料科学与工程学院,金属精密热加工国家重点实验室; 2.佳木斯大学材料科学与工程学院)

摘 要 通过不同扫描速度和扫描方式的选区激光熔化(SLM)技术制备了 Inconel 718 合金,研究了工艺参数对熔池的形态、凝固组织、晶粒大小和晶粒取向的影响。结果表明,随着扫描速度增加,熔池的深度与宽度的比值增大,曲率增大;而扫描速度为 1 450 mm/s 时,采用单向扫描比十字交叉扫描时深宽比值更大。在熔池内,凝固组织由熔池底部的胞晶向熔池侧面的胞枝晶转变。晶粒以<001>方向择优生长,其晶粒间的取向差角以小角度(<15°)为主。当十字交叉扫描时,随着扫描速度增加,小角度取向差角的分布分数增加。当速度一定、采用十字交叉扫描时,小角度的取向差角占比为 62.57%,而采用单向扫描时为 47.69%。

关键词 选区激光熔化;Inconel 718 合金;熔池;显微组织

中图分类号 TG456.7 **文献标志码** A

DOI:10.15980/j.tzzz.2021.03.002

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Molten-pool Morphology and Microstructure of Selective Laser Melted Inconel 718 Alloy

Wang Liang¹, Wang Hongying^{1,2}, Yao Longhui¹, Cui Ran¹, Li Binqiang¹, Su Yanqing¹, Guo Jingjie¹
(1.National Key Laboratory for Precision Hot Processing of Metals, School of Materials Science and Engineering, Harbin Institute of Technology; 2.School of Materials Science and Engineering, Jiamusi University)

Abstract: The Inconel 718 alloy was fabricated by selective laser melting with different scanning speeds and modes. The effects of process parameters on molten-pool morphology, solidification structure, grain growth and grain orientation were investigated. The results indicate that the depth-width ratio of the molten-pool is increased and the curvature is decreased with the increase of the scanning rate, while the ratio with the single-direction scanning is greater than that with the decussation scanning at 1 450 mm/s. In the molten pool, the solidified structure is converted from the cell crystal at the bottom to the cell dendrite on the side of the molten pool. The grains are grown along the preferred orientation of <001> direction, and the misorientation is dominated by small-angle misorientation (<15°). The fraction of small-angle misorientation is increased with the scanning rate increase under the decussation scanning mode. When scanning rate is constant, the fraction of the small-angle misorientation is 62.57% under the decussation scanning mode, while that under single-direction scanning mode is 47.69%.

Key Words: Selective Laser Melting, Inconel 718 Alloy, Molten-pool, Microstructure

Inconel 718 合金具有优异的强度、抗腐蚀性,高的蠕变性能以及耐磨性,广泛应用于航空航天领域^[1,2]。然而,由于过度的工具磨损和低的材料去除率,很难通过传统的机械加工方法制造形状复杂的 Inconel 718 合金零件^[3]。与传统的铸造或锻造相比,选区激光熔化(SLM)是一种增材制造技术^[4~6],能生产致密的金属零件^[7~9],且无需支撑和模具就可以成形任何复杂几何形状的组件^[10],还可以大大减少模块和模具设计的时间和投资成本^[11],此外,SLM 技术可以成形镍基高温合金^[12~15]。TROSCH T 等^[16]通过 SLM 制备了 Inconel 718 合金。结果表明,其力学性能优于室温锻件或铸

件,与高温锻件的力学性能相当。
零件的成形过程中可通过适当的工艺改变组织结构,以提升性能。最近,一些研究者重点考察了工艺参数对 SLM 成形 Inconel 718 合金组织和性能的影响。研究发现,在 Inconel 718 合金构件表面上能够清楚地观察到扫描轨迹(层间或相邻通道间的边界)^[11,12],以及沿构建方向上的截面为层状和柱状的结构^[11~16]。随着激光能量密度的增加,显微组织结构由粗化的柱状枝晶向聚集的枝晶、细长的均匀分布的柱状枝晶转变^[13]。SLM 成形的 Inconel 718 合金试样所形成的柱状组织沿一定方向竞相生长,在平行于构建方向上,呈现出

收稿日期:2020-07-27
基金项目:国家自然科学基金资助项目(51871075)
第一作者简介:王亮,男,1981 年出生,副教授,哈尔滨(150001),E-mail:wliang1227@hit.edu.cn
引用格式:王亮,王红英,姚龙辉,等. 选区激光熔化 Inconel 718 合金的熔池形态与组织[J]. 特种铸造及有色合金,2021,41(3):270-274.
WANG L, WANG H Y, YAO L H, et al. Molten-pool morphology and microstructure of selective laser melted Inconel 718 alloy[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2021,41(3):270-274.

<001>方向的强织构^[17]。

目前,对 Inconel 718 合金组织结构的演化行为还需进一步深入研究,尤其是在加工过程中的预制粉末道道熔化、层层堆积的特殊成形性所形成的熔池变化规律,以及熔池形态对晶粒生长、晶粒结构的影响规律方面。本课题通过改变扫描功率和方式,研究不同能量输入和不同扫描方式下熔池的变化规律,探讨熔池形态与晶粒生长和取向的关系,评估熔池形态在晶粒生长和晶粒织构形成时的敏感性。

1 试验方法

采用 CARPENTER 公司雾化技术制备 Inconel 718 合金粉末,其成分和形态分别见表 1 和图 1。从图 1 看出,粉末颗粒为近球形,粒径为 10~38 μm。合金粉末在使用前采用 DZ-2BC-II 型真空干燥箱进行干燥,以保证粉末的铺展性。

表 1 Inconel 718 粉末的化学成分

Tab.1 Chemical composition of Inconel 718 powders %										
w_B										
Cr	Fe	Mo	Ti	Al	Nb	Mn	Co	Si	Cu	Ni
19.2	17.32	3.1	1.0	0.54	5.16	0.23	0.05	0.33	0.13	余量

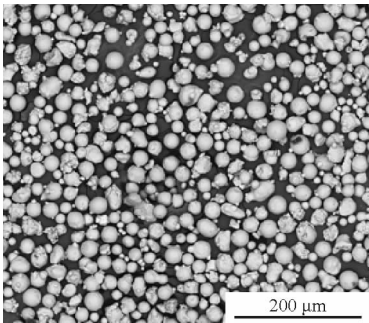


图 1 粉末颗粒的 SEM 图

Fig.1 SEM image of powder particles

试样成形采用 FORWARD-LM180 金属粉末选择性激光熔化成形机,以连续光纤激光器为热源,激光器的光斑直径为 70 μm,激光波长为 1.06~1.10 μm,最大输出功率为 500 W,在 45 号钢基板上加工块体试样(20 mm×20 mm×18 mm)。

在预试验的基础上,以扫描速度和扫描方式为主要研究因素,具体的工艺参数见表 2,扫描方式见图 2。

表 2 工艺参数与扫描方式

Tab.2 The process parameters and scanning modes					
试样编号	激光功率/W	扫描速度/(mm·s ⁻¹)	填充间距/μm	粉末层厚度/μm	扫描方式
A ₁	300	1 000	70	40	十字交叉
A ₂	300	1 150	70	40	十字交叉
A ₃	300	1 300	70	40	十字交叉
A ₄	300	1 450	70	40	十字交叉
A ₅	300	1 450	70	40	单向

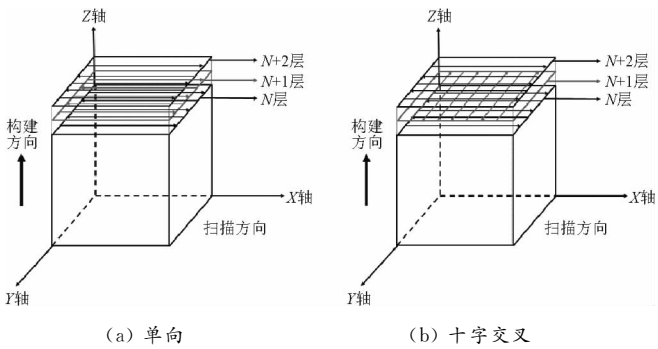


图 2 扫描方式示意图

Fig.2 Schematic diagram of scanning modes

利用线切割将试样沿构建方向进行水平截面(X-Y 面)、纵向截面(X-Z 面)和横向截面(Y-Z 面)截取,见图 3。对试样进行机械研磨和抛光,然后进行腐蚀(腐蚀液配比为 20 mL 的 H₂O+20 mL 的 HCl+5 mL 的 HNO₃+10 mL 的 H₂O₂)。通过 Olympus GX71 金相显微镜和 Quanta 200FEG 场发射扫描电镜(SEM)进行相应的检测。采用 EBSD 对电解抛光后的试样进行分析,确定组织生长取向,其电解电流为 0.75 A,温度为 -25 ℃,腐蚀时间为 45 s,电解液组成为(体积分数)6%的高氯酸+34%的正丁醇+60%的甲醇。

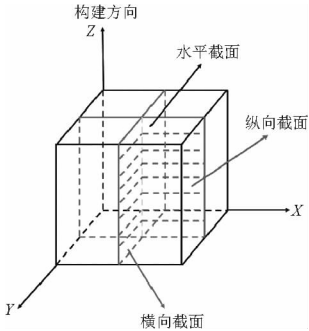


图 3 试样的截面示意图

Fig.3 Section diagram of specimens

2 试验结果与分析

2.1 熔池形态

图 4 为 A4 试样的水平、纵向和横向 3 个截面熔池形态的 OM 和 SEM 图。由图 4a 看出,水平面由平行的轨迹线组成,该规则的熔化轨迹与扫描方向一致。在纵向和横向截面看到弧状边界,见图 4c 和图 4e。从图 4d 和图 4f 可清楚看到,由箭头 a 所指的长弧状和箭头 b 所指的短弧状组成。长弧状轨迹为层与层间的边界,短弧为同层内道与道间的边界。形成这样的弧状边界,是因激光以高斯能量分布,激光热源作用使粉末形成类似焊接的熔池,随着热源的不断移动,所形成的连续熔池在不断进行道与道、层与层间的冶金结合,形成明显的搭接边界。

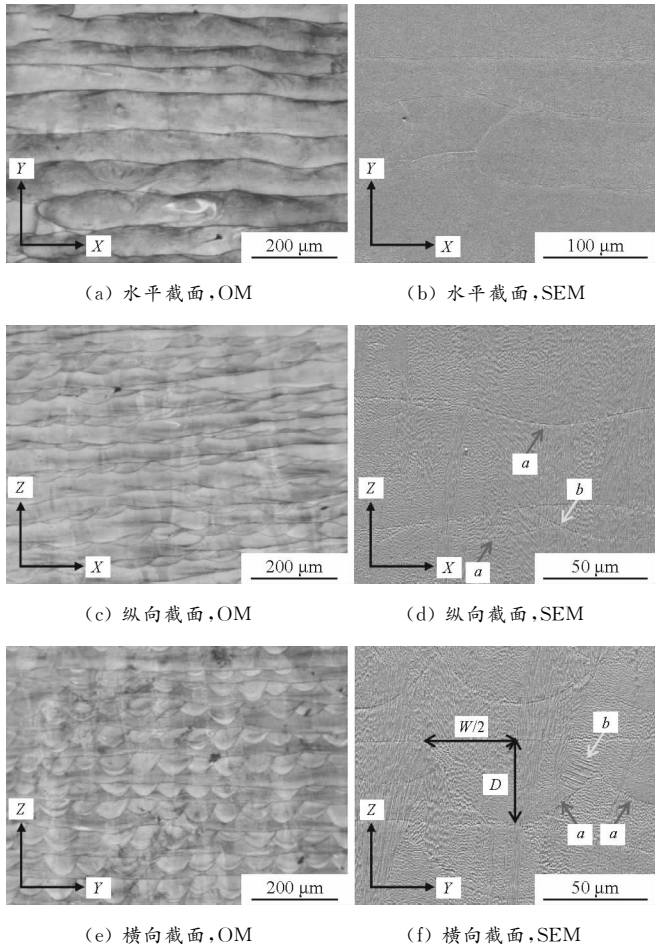


图 4 A4 试样的光学(OM)和扫描(SEM)组织图
Fig.4 OM and SEM images of specimen A4

图 4f 中的“W”为熔池的宽度,“D”为熔池的深度,利用 Image 分析软件对熔池的宽度和深度进行测量,发现熔池的半宽度和深度只有几十微米,不同工艺条件下的横向截面熔池的平均尺寸见图 5。可以看出,当扫描方式为十字交叉时,随着扫描速率增加,熔池的深度和宽度都逐渐减小。这种变化主要取决于能量输入,由 THIJSL 等^[18]提出的能量输入密度计算如下:

$$E = \frac{p}{vht}$$

式中, p 为激光功率,W; v 为激光扫描速率, $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$; h 为填充距离, μm ; t 为粉末层厚度, μm 。可以看出,随着扫描速率增大,激光热源向粉末输入的热能量降低,致使粉末吸收的能量减少,所能熔化的粉末体积分数变小,穿透粉末层的深度减小,从而获得更浅的熔池,而熔池宽度的减小趋势明显比熔池的深度显著,这主要是因为熔池的深度受激光功率的影响大于扫描速率,宽度受激光扫描速率的影响大于功率。扫描速率越大时,激光停留时间越短,熔池的宽度就越小,但熔池的深度与宽度比值随着扫描速率的增加而增大(从试样 A1 的 0.53 至试样 A4 的 0.64)。

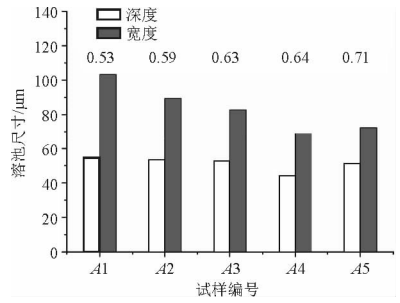


图 5 A1~A5 试样熔池的深度与宽度变化
(柱状图上方的数字为熔池的深度/宽度比值)

Fig.5 The variation of depth and width of A1~A5 molten-pool

对比 A4 和 A5 试样的熔池尺寸,发现采用单向扫描时,熔池的宽度和深度都大于采用十字交叉扫描的尺寸,其比值也相应变大。这是因为单向扫描时,激光光源中心在扫描第 $N+1$ 层时所经过的水平坐标与第 N 层是一致的,光源移动的中心位置前后层相同,这样在层层累加时使得前一层熔池的尺寸相应累加。而十字交叉扫描时,第 $N+1$ 层相对于第 N 层是旋转 90° ,光源移动的中心水平坐标位置偏离前一层,使得熔池的尺寸累加效应变小,致使熔池尺寸低于单向扫描时的。

2.2 凝固组织

图 6 为 A4 试样横向截面内及单个熔池放大后的显微组织。可以看出,凝固组织由熔池底部的胞晶(O1 位置)向熔池侧上方(O4 位置)的胞状枝晶转变,这主要与熔池内的散热有关。在 SLM 成形 Inconel 718 合金时,所形成的熔池的不同位置散热不一,在熔池底部基板(成形第一层)和先凝固层以热传导为主,在熔池侧面的粉末和先凝固层也以热传导为主,而在熔池表面以热辐射为主。因热传导散热比热辐射大得多^[15],所以可忽略熔池表面的热辐射,以先凝固层和粉末的热传导方式为主。对于同一种合金,实体比粉末的热导率大,熔池底端的散热速度大于熔池侧面,使得熔池底部比侧面温度变化更大,熔池边界底端的温度梯度(G)大于熔池侧面。在图 6 中横截面熔池边界上,越靠近熔池 O1 位置温度梯度越大,越靠近熔池的上端(O4 位置)温度梯度越小,文献[16]也证实了这一点。另一方面受生长速度的影响,在沿凝固方向 S (solidification direction)上,凝固前沿的晶粒生长速度 R 与激光热源扫描速度以及彼此间的角度 θ 有关,在熔池边界上的 O1~O4 位置上的 θ 角分别为 83.85° 、 48.75° 、 45.80° 、 40.76° ,即从熔池底部向上, θ 角度减小,对应的 R 增大。由上述可知,在熔池边界 O1 至 O4 位置,随着各位置的 G 和 R 的变化,发现从熔池底部至上部 G/R 比值减小。随着 G/R 比值的增大,界面前沿发生胞状晶、枝晶、等轴晶的转

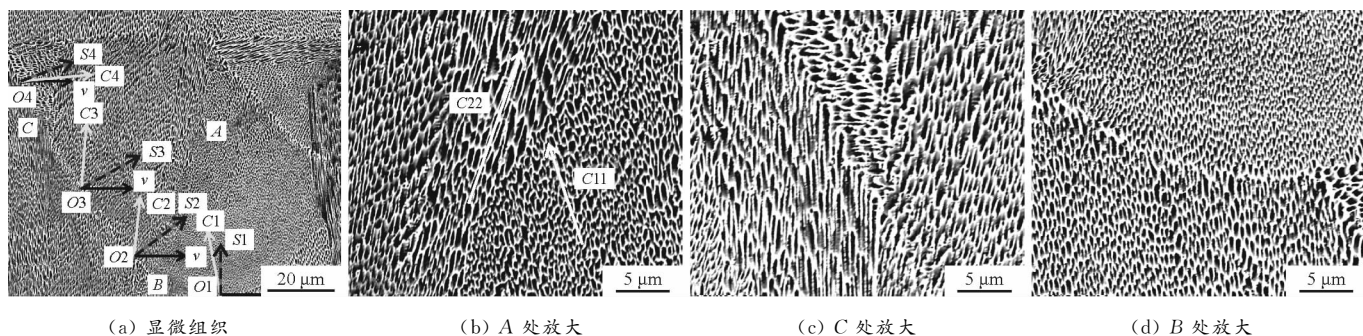


图 6 A4 试样横截面的显微组织

Fig.6 Cross section microstructure of A4 specimen

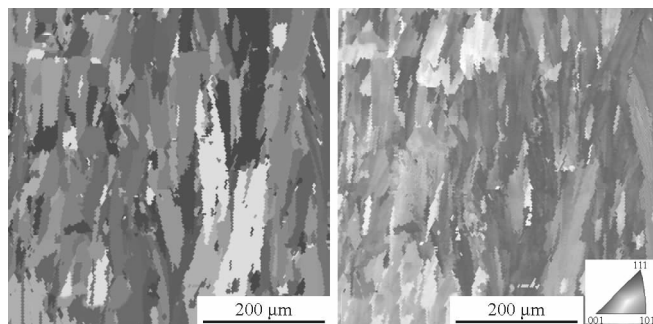
变。所以对于单个熔池,越靠近熔池的上侧, G/R 的比值越小,胞状枝晶越明显。

图 6a 中 C1、C2、C3 和 C4 分别为熔池边界的 4 个位置的晶粒方向,C1 是比较趋近于构建方向的(见图 6d),沿着熔池边界向上,其他方向都是偏离构建方向的,当到了 C4 所在的区域,其晶粒方向 C4 近平行于扫描方向,见图 6c。这些晶粒生长方向都偏离凝固方向,C1~C4 的晶粒方向与相应的凝固方向(S1~S4)呈一定角度,分别为 13.9° 、 47.5° 、 57.3° 、 15.4° 。形成此现象的原因一方面是在 SLM 成形过程中,激光热源在连续移动时,最大的温度梯度随着热源的移开而不断地改变方向,导致沿晶界长大的柱状晶随着最大的温度梯度方向变化而变化;另一方面是 Inconel 718 合金的晶粒在凝固时会沿着一定结晶学取向择优生长,因此熔池内不同区域内的晶粒都偏离熔池晶界上的凝固方向而生长。某一方向生长速度快的晶粒会抑制相邻生长慢的晶粒,如 C11 方向的晶粒遇到 C22 方向的晶粒,不再继续向前生长,见图 6b。

2.3 晶粒大小与晶粒取向

图 7 为 A4 试样的水平和横向截面的 EBSD 图。由图 7a 可知,横向截面的晶粒呈柱状并趋于构建方向,柱状晶在水平面上呈不规则的块状分布。这与 SEM 观察的显微组织类似。图 7a 中的单个柱状晶粒,长度方向尺寸为横向的几倍。从 5 组试样横向截面的柱状晶晶粒尺寸统计结果来看(见图 8),晶粒的尺寸分布在 $3\sim 170\ \mu\text{m}$,其中 $40\ \mu\text{m}$ 以上的晶粒占 45% 以上,最大晶粒尺寸达到 $159.28\ \mu\text{m}$ (见试样 A5),相当于近 4 个层厚($40\ \mu\text{m}$)柱状晶的距离。当都采用十字交叉扫描方式时,晶粒的平均尺寸随着扫描速度的增加而减小(由 A1 的 $74.94\ \mu\text{m}$ 减至 A4 的 $56.76\ \mu\text{m}$),这是因为随着扫描速度增大,粉末吸收的热量减小,使得熔体的温度降低,致使晶粒细小。当扫描速度不变时,十字交叉扫描的试样 A4 的晶粒平均尺寸为 $56.76\ \mu\text{m}$,而单向扫描的试样 A5 的平均尺寸为 $60.67\ \mu\text{m}$ 。这是由于当

采用十字交叉扫描方式时,第 $N+1$ 层扫描路径的变化打破了第 N 层晶粒生长,而单向扫描时更易保持前一层的生长,有利于晶粒继续长大。



(a) EBSD 图

(b) 反极图

图 7 A4 试样的 EBSD 图

Fig.7 EBSD map of A4 specimen

从图 7b 看出,晶粒都是沿着一定方向生长的,晶粒趋近于 $\langle 001 \rangle$ 方向,但也有 $\langle 101 \rangle$ 和 $\langle 111 \rangle$ 方向上的晶粒存在。试验中的其他各组试样的晶体择优取向也均类似,只是在不同工艺条件下,所形成的晶界取向差角不同,见图 8 和图 9。可以看出,随着速度增加,小角度取向差角所占的比例呈现增加的趋势。这是因为当采用十字交叉扫描时,层与层间的扫描路径的变化,打破了原来的晶粒生长方向,向着最优取向长大,使得小角度取向差的晶界占优势。速度越大,这种打破的力量越大,得到的小角度取向差晶界越多。当扫描方式改

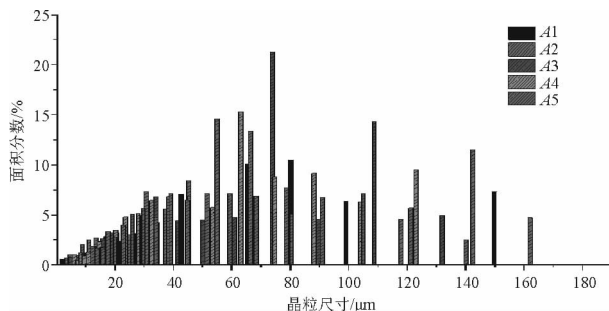


图 8 A1~A5 试样横截面的晶粒分布

Fig.8 Grain distribution in the cross section of specimen A1~A5

变(扫描速度不变)时,采用单向扫描方式的试样 A5,小角度晶界取向差分数占 47.69%,比采用十字交叉扫描的试样 A4 小 29.92%。与此相反,A5 试样的大角度晶界($>15^\circ$)明显比 A4 试样多,所占比例为 52.31%,且在 $25^\circ\sim 60^\circ$ 范围内分布较均匀。这是因为相对于十字交叉扫描,单向扫描由于层与层间的扫描路径不变,晶粒沿前一层取向进行生长,保持着原有的取向,使得大角度取向差角占比要比十字交叉扫描时大。

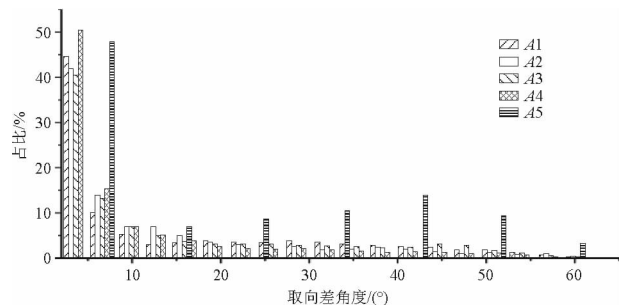


图9 A1~A5 试样横截面的晶界取向差分布

Fig.9 Distribution of grain boundary orientation difference in the cross section of specimen A1~A5

3 结 论

(1)在 SLM 成形 Inconel 718 合金时,当采用十字交叉扫描时,随着扫描速度增加,熔池宽度减小的趋势比深度明显,其深度与宽度的比值增加。当采用单向扫描时,相对于十字交叉扫描,熔池的深度和宽度更大,深度与宽度的比值也大。在单个熔池内,靠近熔池边界的上侧,凝固组织由熔池底部的胞状晶向远离熔池底部的侧面的胞枝晶转变。在横截面上,晶粒以柱状晶趋于构建方向排列。随着扫描速度增加,晶粒的平均尺寸减小。单向扫描的晶粒尺寸略比十字交叉的大。

(2)用 SLM 成形 Inconel 718 合金时,沿构建方向上和扫描方向上,晶粒的择优取向趋于 $\langle 001 \rangle$ 方向。在横截面上,采用十字交叉扫描时,柱状晶的晶界取向差角以小角度($<15^\circ$)为主,所占比例随着扫描速度的增加呈现上升的趋势。在单向扫描时,小角度晶界取向差角所占分数为 47.69%,比十字交叉扫描时小,其相应的大角度($>15^\circ$)晶界取向差角明显增多。

参 考 文 献

- [1] FRAZIER E W. Metal additive manufacturing-A review[J]. Journal of Materials Engineering and Performance, 2014, 23:1 917-1 928.
- [2] VAYRE B, VIGNAT F, VILLENEUVE F. Metallic additive manufacturing state-of-the-art review and prospects[J]. Mechanics & Industry, 2012, 13: 89-96.
- [3] WANG Z, GUAN K, GAO M, et al. The microstructure and mechanical properties of deposited-IN718 by selective laser melting [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2012, 513: 518-523.

- [4] QIU C, ADKINS N J E, ATTALLAH M M. Selective laser melting of Invar 36 microstructure and properties[J]. Acta Materialia, 2016, 103: 382-395.
- [5] PATTANAYAK D K, FUKUDA A, MATSUSHITA T, et al. Bioactive Ti metal analogous to human cancellous bone: Fabrication by selective laser melting and chemical treatments[J]. Acta Biomaterialia, 2011, 7: 1 398-1 406.
- [6] SUN J, YANG Y, WANG D. Mechanical properties of a Ti-6Al-4V porous structure produced by selective laser melting[J]. Materials and Design, 2013, 49: 545-552.
- [7] STROßNER J, TEROCK M, GLATZEL U. Mechanical and microstructural investigation of nickel-based superalloy IN718 manufactured by selective laser melting (SLM)[J]. Advanced Engineering Materials, 2015, 17: 1 099-1 105.
- [8] AMATO A K N, GAYTAN S M, MURR L E, et al. Microstructures and mechanical behavior of Inconel 718 fabricated by selective laser melting[J]. Acta Materialia, 2012, 60(5): 2 229-2 239.
- [9] JIA Q, GU D. Selective laser melting additive manufacturing of Inconel 718 superalloy parts: Densification, microstructure and properties[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2014, 585: 713-721.
- [10] JIA Q, GU D. Selective laser melting additive manufactured Inconel 718 superalloy parts: High-temperature oxidation property and its mechanisms[J]. Optics & Laser Technology, 2014, 62: 161-171.
- [11] KUNZE K, ETTER T, GRÄSSLIN J, et al. Texture, anisotropy in microstructure and mechanical properties of IN738LC alloy processed by selective laser melting (SLM)[J]. Materials Science and Engineering, 2015, A620: 213-222.
- [12] VRANCKEN B, THIJS L, KRUTH J P, et al. Microstructure and mechanical properties of a novel β titanium metallic composite by selective laser melting[J]. Acta Materialia, 2014, 68: 150-158.
- [13] XU W, BRANDT M, SUN S, et al. Additive manufacturing of strong and ductile Ti-6Al-4V by selective laser melting via in situ martensite decomposition[J]. Acta Materialia, 2015, 85: 74-84.
- [14] WU S Q, LU Y J, GAN Y L, et al. Microstructural evolution and microhardness of a selective-laser-melted Ti-6Al-4V alloy after post heat treatments[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2016, 672: 643-652.
- [15] SMITH D H, BICKNELL J, JORGENSEN L, et al. Microstructure and mechanical behavior of direct metal laser sintered Inconel alloy 718[J]. Materials Characterization, 2016, 113: 1-9.
- [16] TROSCHE T, STRÖßNER J, VÖLKL R. Microstructure and mechanical properties of selective laser melted Inconel 718 compared to forging and casting[J]. Materials Letters, 2016, 164: 428-431.
- [17] CHLEBUS E, GRUBER K, KUŹNICKA B, et al. Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of Inconel 718 processed by selective laser melting[J]. Materials Science and Engineering, 2015, A639: 647-655.
- [18] THIJS L, VERHAEGHE F, CRAEGHS T, et al. A study of the micro structural evolution during selective laser melting of Ti-6Al-4V[J]. Acta Materialia, 2010, 58: 3 303-3 312.

(编辑:彭瑾)